

日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

J1046 U.S. PTO  
09/892577  
06/28/01  


別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日

Date of Application: 2000年 8月14日

出願番号

Application Number: 特願2000-245709

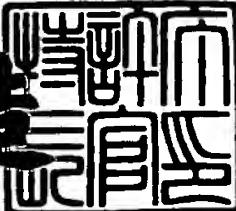
出願人

Applicant(s): 花王株式会社

2001年 4月13日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3030945

【書類名】

特許願

【整理番号】

KAP00-0355

【提出日】

平成12年 8月14日

【あて先】

特許庁長官殿

【国際特許分類】

A61K 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 野元 秀利

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 上野 訓史

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 重野 千年

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 久保 英明

【特許出願人】

【識別番号】 000000918

【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

【識別番号】 100095832

【弁理士】

【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 050739

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9909457

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ハイドロゲル粒子

【特許請求の範囲】

【請求項1】 連続相である非架橋型ハイドロゲル、及び分散相である油性成分を含有するハイドロゲル粒子。

【請求項2】 乳化剤及び／又は分散剤を用いて油性成分を乳化又は分散させてなる請求項1記載のハイドロゲル粒子。

【請求項3】 ハイドロゲル粒子の圧縮破断応力が2～40kPaであり、かつ弾性率が10～150 kPaである請求項1又は2記載のハイドロゲル粒子。

【請求項4】 ハイドロゲル粒子を投影させた2次元の形状において、最長の径と最短の径の比が1.7以下である粒子を80重量%以上含有する請求項1～3いずれか記載のハイドロゲル粒子。

【請求項5】 セラミドを7.5重量%以上含有する請求項1～4いずれか記載のハイドロゲル粒子。

【請求項6】 非架橋型ハイドロゲルが、ゼリー強度68.6kPa以下の寒天である請求項1～5いずれか記載のハイドロゲル粒子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、化粧品、医薬品、医薬部外品等に適用される、それらの油性成分を分散させたハイドロゲル粒子に関する。

【0002】

【従来の技術】

油性成分を含有するカプセルとしては、油中水型エマルジョンを内包したカプセルであって、カプセルの皮膜がカプセル全量に対して0.1～1.0重量%であるアルギン酸カルシウムからなるカプセル（特許第2619705号明細書）や、鉄、銀、ストロンチウム、アルミニウム、マンガン、セレン、カルシウム及び亜鉛からなる群より選ばれた1種以上の多価金属塩の水溶液と、1種以上のアルギン酸塩水溶液とからなるカプセル（特許第2934899号明細書）が知られている。

【0003】

しかしながら、これらのカプセルは、水溶性アルギン酸塩と水溶性カルシウム塩を反応させて水不溶性のアルギン酸カルシウムの皮膜を生成させることにより製造されているため、芯成分に2価以上の金属イオンを含む界面活性剤や水溶性高分子化合物、無機塩等を加えることが制限されるという欠点がある。また、カプセルを製造する際には、アルギン酸塩水溶液は多価金属塩の水溶液の上部に設置されたノズルから滴下されるため、球形度が高く、単分散性の良好なカプセルを製造することが困難であるという欠点がある。

【0004】

上記以外にも、皮膜成分が寒天、芯成分が油性成分であるソフトカプセルが知られている（特開平1-193216号公報）。しかしながら、このソフトカプセルには、皮膚に適用したときに寒天のカスが皮膚上に残留するため、塗布感に違和感が生じるという欠点がある。

【0005】

また、上記のいずれのカプセルにも、油性成分を高比率で含有して安定に製造するのが困難であるという欠点がある。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、化粧品、医薬品、医薬部外品等に適用される、それらの油性成分を高比率で含有して安定に製造するのが容易なハイドロゲル粒子であって、球形度が高く、皮膚に適用したときに粒子がスムーズに破壊して延ばしやすく、カス残りが無い粒子を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明は、連続相である非架橋型ハイドロゲル、及び分散相である油性成分を含有するハイドロゲル粒子に関する。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明のハイドロゲル粒子は、ハイドロゲルとして、非架橋型ハイドロゲルが

使用されている点及び油性成分が分散相である点に大きな特徴がある。このように、非架橋型ハイドロゲルが使用されていることにより、配合上の制約が解消するとともに、球形度が高い。又、連続相である非架橋型ハイドロゲル中に、分散相である油性成分が有り、カプセル皮膜のように非架橋型ハイドロゲルのみの部分がないため、皮膚に適用したときに粒子がスムーズに破壊して延ばしやすく、カス残りが無いという優れた効果が発現される。

## 【0009】

本明細書において、「ハイドロゲル粒子」とは、ハイドロゲル中に油性成分を分散させた球状物の1個又は複数からなる群をいい、皮膜と芯成分からなるいわゆる「カプセル」を含まない。

## 【0010】

また、本明細書において、「非架橋型ハイドロゲル」とは、水を分散液体として持つゲルであって、ゲル化がイオン、例えばカリウムイオンやカルシウムイオン等との反応によって起こるのではなく、寒天やゼラチン等のようにゾルーゲルの熱可逆性によって起こるものという。寒天は水への溶解温度が90℃であり、溶解後に冷却したときのゲル化温度が30～45℃である。

## 【0011】

非架橋型ハイドロゲルの例としては、寒天、ゼラチン等が挙げられ、これらは単独で又は2種以上を混合して用いることができる。これらの中では寒天が好ましく、使用時の感触の観点から、ゼリー強度が68.6kPa ( $700\text{g/cm}^2$ )以下の寒天がより好ましく、19.6kPa ( $200\text{g/cm}^2$ )～63.7kPa ( $650\text{g/cm}^2$ )がさらに好ましい。ここで、ゼリー強度の測定は日寒水式法を用いる。日寒水式法は、寒天の1.5%溶液を調製し、20℃で15時間放置して凝固せしめたゲルについて、日寒水式ゼリー強度測定器〔(株)木屋製作所製〕により荷重をかけ、その表面 $1\text{cm}^2$ あたり20秒間耐えうる最大重量(g数)をもってゼリー強度とする方法である。

## 【0012】

ハイドロゲル粒子中における非架橋型ハイドロゲルの含有量は、使用時の感触及びハイドロゲル粒子の洗浄、及び配合時の壊れ防止の観点から、0.1～5.0重量%、好ましくは0.3～2.0重量%であることが望ましい。

## 【0013】

油性成分の種類には、特に限定がない。その例としては、化粧品、医薬品、医薬部外品等の油性成分が挙げられる。油性成分の例としては、皮膚保護剤、油剤、香料、化粧品用着色剤及びこれらの混合物が挙げられる。油性成分の形態は、油中水滴型エマルジョンであってもよい。

## 【0014】

油性成分の平均粒径は、皮膚上での延ばしやすさの観点から、好ましくは $500\text{ }\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $100\text{ }\mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下、特に好ましくは $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。

## 【0015】

皮膚保護剤は、皮膚を柔軟にしたり、平滑にすることなどにより、肌荒れを防止する目的として配合されるものである。その例としては、パラフィン、エステル、高級アルコール、グリセライド等の液体油脂類；アクリル系、スチレン系、エーテル系、エステル系、シリコーン系のポリマーエマルジョンやサスペンションが挙げられる。

## 【0016】

油剤は、揮発性及び不揮発性のいずれでもよい。その例としては、炭化水素油、エステル油、植物油、低粘度シリコーン油、揮発性シリコーン油用の液状油や、固体パラフィンやワセリン、セラミド、エチレングリコールジ脂肪酸エステル（脂肪酸の炭素数は12～36）、ジアルキルエーテル（炭素数は12～36）等の固体から半固体の油脂類；シリコーン類等が挙げられる。シリコーン類は、シラノール骨格を有するものであればよい。シリコーン類の例としては、メチルポリシロキサン、メチルフェニルシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロヘキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、高重合メチルポリシロキサン、シリコーン樹脂、シリコーンゴム、シリコーンビーズ、アミノ変性シリコーン、アルキル変性シリコーンなどの変性シリコーン等が挙げられる。

## 【0017】

化粧品用着色剤としては、水不溶性の顔料、油溶性染料、建染染料、レーキ染

料等が挙げられる。顔料としては、例えば、カーボンブラック、タルク、カオリン、マイカ、雲母チタン、ベンガラ、オキシ塩化ビスマス、珪酸マグネシウム、酸化チタン等の無機顔料、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色206号、赤色219号、赤色228号、赤色404号、黄色205号、黄色401号、だいだい色401号、青色404号等の有機顔料が挙げられ、油溶性染料としては、例えば赤色505号、赤色501号、赤色225号、黄色404号、黄色405号、黄色204号、だいだい色403号、青色403号、緑色202号、紫色201号等が挙げられる。建染染料としては、例えば、赤色226号、青色204号、青色201号が挙げられる。レーキ染料としては、例えば、種々の酸性染料をアルミニウムやバリウムでレーキしたもの等が挙げられる。これらの着色剤は、それぞれ単独で又は2種以上を混合して用いることができる。

## 【0018】

油性成分としては、分散安定性の観点からセラミドが好ましく、N-(2-ヒドロキシ-3-ヘキサデシロキシプロピル)-N-2-ヒドロキシエチルヘキサデカナミド〔花王（株）製、商品名：スフィンゴリピドE〕が特に好ましい。ハイドロゲル粒子中の油性成分の含有量は、使用時の感触及びハイドロゲル粒子の洗浄、配合時の壊れ防止の観点から、7.5～60重量%が好ましく、20～40重量%がより好ましい。

## 【0019】

ハイドロゲル粒子中のセラミドの含有量は、性能の観点から、7.5～60重量%であることが好ましく、9～30重量%がより好ましい。

## 【0020】

ハイドロゲル粒子の平均粒径は、外観及び生産性の観点から、100～10000μmであることが好ましく、500～5000μmがより好ましい。ハイドロゲル粒子の平均粒径は、各種目開きのふるいを用い、粒子100gを水中で湿式分級し、余分な水分を濾紙で除去した後に重量を測定して重量平均粒径で表すことができる（フルイ法）。

## 【0021】

また、ハイドロゲル粒子の形状は、特に限定するものではないが、美観の観点

から球状体であることが好ましい。ここで、粒子の最長の径と最短の径の比〔最長径／最短径〕は、粒子を投影した全ての2次元の形状において、美観の観点から、1.7以下、好ましくは1.5以下、より好ましくは1.2以下であるのが望ましい。ハイドロゲル粒子は、この比が1.7以下の球状体を80重量%以上含有することが望ましい。

## 【0022】

また、ハイドロゲル粒子の強度は、特に限定するものではないが、感触の観点から、ハイドロゲル粒子の圧縮破断応力が2～40kPa、好ましくは5～25kPaであり、ハイドロゲル粒子の弾性率が10～150kPa、好ましくは30～100kPaであることが望ましい。

## 【0023】

圧縮破断応力が2kPa以上である場合、ハイドロゲル粒子の洗浄や配合時にハイドロゲル粒子が壊れがたく、40kPa以下である場合、皮膚上での伸びやなじみが良好である。

## 【0024】

弾性率が10kPa以上である場合、ハイドロゲル粒子の洗浄や配合時にハイドロゲル粒子が壊れがたく、洗浄時にハイドロゲル粒子に分散させた油性成分が流れ出ることがない。また、弾性率が150kPa以下である場合、ハイドロゲル粒子を容器に配合したときの容器からの吐出性が良好である。

## 【0025】

圧縮破断応力の測定には、デジタルフォースゲージ〔日本電産シンポ（株）製、商品名：FGX-0.2R、最小測定荷重2mN〕を試験機用スタンド〔日本電産シンポ（株）製、商品名：FGS-50V-L〕に取り付け用いた。測定子には平面形状のアダプタを用い、測定子の下降速度は10mm/minに設定した。測定温度は室温（25°C）である。

## 【0026】

ハイドロゲル粒子の圧縮破断応力は、公称応力（破断強度を粒子の測定前の断面積で除した値）で計算を行なった。

## 【0027】

ハイドロゲル粒子の製法は、次の通りである。

例えば、水性成分として非架橋型ハイドロゲルをイオン交換水に混合し、その溶解温度以上で十分に溶解させる。別に油性成分同士を混合し、加熱溶解する。ゲル化温度以上で、水性成分と油性成分を混合し、水中油型分散液を調製する。水中油型分散液を調製する方法には特に限定がない。水中油型分散液を調製する際には、各種攪拌機、分散機等を用いた公知の技術を用いることができる。なお、分散液の安定性の観点から、水性成分には、乳化剤や分散剤を添加することが好ましい。

#### 【0028】

ここで、乳化剤及び分散剤としては、高分子乳化分散剤、非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、及びカチオン性界面活性剤及び両性界面活性剤からなる群より選ばれた1種以上が挙げられる。分散液中の界面活性剤の濃度は、特に限定がないが、使用時の感触、分散液の安定性及びハイドロゲル粒子に分散させた油性成分の漏出防止の観点から、分散液全量100重量部に対して0.001～20重量部が好ましく、0.01～5重量部がより好ましい。

#### 【0029】

乳化剤及び分散剤は、単独で用いてもよいが、粒子の延ばしやすさと、洗浄及び配合時のハンドリング性の観点から、非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤及び両性界面活性剤からなる群より選ばれた1種以上と、高分子乳化分散剤とを併用することが好ましい。このことにより、カス残りが無く、延ばしやすいハイドロゲル粒子であって、しかも洗浄時や配合時にこわれにくいハイドロゲル粒子をつくりやすくなる。

#### 【0030】

高分子乳化分散剤としては、特に限定されるものではないが、アクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体、特開平7-100356号公報に記載の両性高分子と高級脂肪酸とから合成される新規複合体、特開平8-252447号公報及び特開平9-141079号公報に記載の水溶性両親媒性高分子電解質、特開平9-141080号公報及び特開平9-141081号公報に記載の水溶性架橋型両親媒性高分子電解質、特開平10-53625号公報に記載のアクリル酸系共重合体、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコ

ール及びその誘導体、ポリアクリルアミド、アルキルフェノールホルムアルデヒド縮合物の酸化エチレン付加物などの合成高分子化合物、グアヤガム、カラヤガム、トラガントガム、アラビアガム、アラビノガラクタン、カゼインなどの天然高分子化合物が挙げられる。

## 【0031】

アニオン性界面活性剤としては、例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸トリエタノールアミン、ラウリル硫酸アンモニウム、ドデシルベンゼンスルフォン酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム、半硬化牛脂肪酸ナトリウム、半硬化牛脂肪酸カリウム、オレイン酸カリウム、ヒマシ油カリウム、アルキルナフタレンスルфон酸ソーダ、ジアルキルスルホハク酸ナトリウム、アルキルジフェニルエーテルジスルфон酸ナトリウム、アルキルリン酸ジエタノールアミン、アルキルリン酸カリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンラウリルエーテルリン酸ナトリウム等が挙げられる。

## 【0032】

カチオン性界面活性剤としては、例えば、ラウリルトリメチルアンモニウムクロリド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムクロリド、ジステアリジメチルアンモニウムクロリド、アルキルベンゼンジメチルアンモニウムクロリド、ステアリルアミンオレエート、ステアリルアミンアセテート、ステアリルアミン酸等が挙げられる。

## 【0033】

非イオン性界面活性剤としては、例えば、グリセリン脂肪酸エステル、プロピングリコール脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、プロピレン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピングリコール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒ

マシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油等が挙げられる。これらの中でも、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステルが、皮膚刺激性が少ないため好ましい。

## 【0034】

両性界面活性剤としては、例えば、アルキルジメチルアミノ酢酸ベタイン、アルキルジメチルアミンオキサイド、アルキルカルボキシメチルヒドロキシエチルイミダゾリウムベタイン、レシチン、ラウリルアミノプロピオン酸、アルキルジアミノエチルグリシン等が挙げられる。

## 【0035】

上記方法によって調製した分散液から一般的な滴下法を用いて粒子を製造する。その滴下法とは、孔から分散液を吐出し、吐出された液柱がその表面張力によって液滴になる性質を利用して粒子を製造する方法であり、空気等の気相中あるいは液相中で冷却固化させる。

## 【0036】

液滴を生成させる場所は、気相であってもよく、あるいは液相であってもよい。尚、液相で形成させる場合には、液流れのない静液中で形成させてもよいが、液滴形成管を用いて下降流や上昇流や平行流に同伴させて形成させることが好ましい。また、孔の端面の位置は、気相や液相どちらでもかまわないと、液相中で液滴を形成させる場合には、液相が好ましい。

## 【0037】

孔から吐出される分散液の温度は、特に限定されないが、通常0～100℃であることが好ましい。

## 【0038】

孔から吐出される分散液の粘度は、B型粘度計で測定することができる。その粘度は、特に限定されないが、孔から吐出される際の液の粘度、通常、0.1～100 mPa・s、好ましくは1～800 mPa・sであることが望ましい。

## 【0039】

## 【実施例】

## 実施例1～5

表1に示した組成比の油性成分を80°Cで加熱溶解させ油性成分溶液を調製した。また、表1に示した組成比の水性成分を90°Cで加熱溶解し、80°Cまで冷却した後、油性成分溶液を加えてアンカー式攪拌機で攪拌し、混合液を得た。加熱溶解前の油性成分と水性成分の重量の合計は500gである。更に、この混合液を乳化機〔特殊機化（株）製、商品名：T.K.ホモミクサーMARKII2.5型〕にて8000 r/minで1分間分散させ、分散液を調製した。この分散液を80°Cに加熱したまま、10mL/minで口径1.2mmのノズルより10°Cに冷却したオイル〔メチルポリシロキサン：信越化学工業（株）製、商品名：シリコーンKF-96A(20CS)〕中に吐出させ、ハイドロゲル粒子を得た。

## 【0040】

## 実施例6

表1に示した組成比の油性成分と水性成分の合計量500gを実施例1と同様にして加熱溶解した後の混合液を乳化機で分散させず、分散液の代わりに混合液を吐出させる以外は、実施例1と同様にしてハイドロゲル粒子を得た。

## 【0041】

## 比較例1

表2に示した組成比の油性成分と水性成分の合計量500gを実施例1と同様にして加熱溶解した後、80°Cでアンカー式攪拌機で攪拌し、混合液を得た。更に、この分散液を乳化機〔特殊機化（株）製、商品名：T.K.ホモミクサーMARKII2.5型〕にて8000 r/minで1分間分散させ、分散液を調製した。この分散液を20°Cの1%塩化カルシウム水溶液中に10mL/minで口径1.2mmのノズルより吐出させ、ハイドロゲル粒子を得た。

## 【0042】

## 比較例2

表2に示した組成比の油性成分と水性成分の合計量500gをそれぞれ加熱溶解したところ、水性成分溶液がゲル化し、粒子化が不可能であった。

## 【0043】

## 比較例3

表2に示した組成比の油性成分と水性成分の合計量500gをそれぞれ加熱溶解した後、比較例1と同じ方法にてノズルから吐出させたが、粒子がゲル化せず、粒子化が不可能であった。

【0044】

【表1】

実施例番号		1	2	3	4	5	6	
ハイドロゲル粒子の組成(重量%)	油性成分	ジペンタエリトリット脂肪酸エステル	15.0	2.5	2.5	15.0	25.0	5.0
		ジイソステアリン酸トリグリセリル	5.0	5.0	5.0	5.0	—	10.0
		メチルポリシロキサン〔信越化学工業(株)製、シリコーンKF-96A(10CS)〕	5.0	5.0	5.0	5.0	17.5	5.0
		N-(2-ヒドロキシ-3-ヘキサデシロキシプロピル)-N-2-ヒドロキシエチルヘキサデカミド〔花王(株)製、スフィンギリビドB〕	10.0	10.0	10.0	7.5	7.5	7.5
		ソルビタンモノステアレート	—	—	—	—	—	1.0
水性成分		イオン交換水	63.4	76.11	75.94	63.7	48.47	49.2
		寒天UP-16(ゲル強度=58.8kPa)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
		パラオキシ 安息香酸カル	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
		86%グリセリン	—	—	—	—	—	20.0
		乳酸カルシウム	—	—	—	0.5	—	—
		ポリオキシエチレンラウリルエーティン 酸ナトリウム〔花王(株)製、SPB104NB〕	0.3	—	0.05	1.0	0.1	1.0
		アクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体〔日光ケミカルズ(株)製、PEMULEN(TR-1)〕	—	0.01	0.03	—	0.02	—
		ポリオキシエチレンオクチルデシルエーテル 20% 水溶液〔花王(株)製、エマルゲン2025G〕	—	—	—	1.0	—	—
		1N水酸化ナトリウム水溶液	—	0.08	0.18	—	0.11	—
吐出させる際の分散液の粘度(mPa·s)		55	50	35	70	255	120	

【0045】

【表2】

比較例番号		1	2	3	
ハイドロゲル粒子の組成(重量%)	油性成分	ジペンタエリトリット脂肪酸エスチル	2.5	15.0	25.0
		ダイクステアリン酸ポリグリセリル	5.0	5.0	—
		メチルポリシロキサン [信越化学工業(株) 製、シリコンKF-96A(10CS)]	5.0	5.0	25.0
		N-(2-ヒドロキシ-3-ヘキサデシロキシプロピル)-N-2-ヒドロキシエチルヘキサデカミド [花王(株) 製、スフィンガリビッドB]	10.0	5.0	—
		ソルビタンモノステアレート	—	—	—
	水性成分	イオン交換水	75.94	66.2	48.58
		アルギン酸ナトリウム	1.0	1.0	1.0
		パラオキシ安息香酸メチル	0.3	0.3	0.3
		86%グリセリン	—	—	—
		乳酸カルシウム	—	0.5	—
ポリオキシエチレンラクリルエーテルリン 酸ナトリウム [花王(株) 製、SPE104NB]		0.05	1.0	0.1	
アクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体、日光ケミカルズ(株) 製、PEMULEN(TR-1)		0.03	—	0.02	
ポリオキシエチレンオクチルデシルエーテル20% 水溶液 [花王(株) 製、エマルゲン2025G]		—	1.0	—	
1N水酸化ナトリウム水溶液		0.18	—	—	
吐出させる際の分散液の粘度(mPa·s)		45	—	—	

## 【0046】

## 実験例

次に、各実施例及び比較例で得られたハイドロゲル粒子を用いて以下の実験を行った。その結果を表3に示す。

## 【0047】

## (1) ハイドロゲル粒子の平均粒径

ハイドロゲル粒子の平均粒径は各種目開きのふるい〔標準ふるい (JIS Z 8801) 1000 ~ 4000  $\mu\text{m}$  〕を用い、粒子100gを水中で湿式分級し、余分な水分を濾紙で除去した後に重量を測定して隣接するふるいの目開きの算術平均で重量平均粒径を計算した。

【0048】

## (2) 球形度

ハイドロゲル粒子数  $g$  をサンプリングし、粒子が重ならないようにシャーレ上に水で分散させ、カメラにて撮影した。この写真に写った約50個の粒子各々の最長の径と最短の径を測定し、最長の径と最短の径の比が1.7以下となる粒子を球形度が高い粒子とし、この球形度の高い粒子が80%以上を占めるものを○、50%以上のものを△、50%未満のものを×として示した。

【0049】

## (3) 皮膚上での延び

20人のパネラーにより、各ハイドロゲル粒子を皮膚に塗布したときの延ばしやすさを以下の評価基準で官能評価した。平均を求め、4以上を○、2.5以上4未満を△、2.5未満を×として示した。

【0050】

## 〔評価基準〕

5：のばしやすい

4：ややのばしやすい

3：ふつう

2：ややのばしにくい

1：のばしにくい

【0051】

## (4) 皮膚上でのカス残り

20人のパネラーにより、各ハイドロゲル粒子を皮膚に塗布したときのカス残りを以下の評価基準で官能評価した。平均を求め、4以上を○、2.5以上4未満を△、2.5未満を×として示した。

## 【評価基準】

- 5 : カスが残らない
- 4 : あまりカスが残らない
- 3 : ふつう
- 2 : ややカスが残る
- 1 : カスが残る

【0052】

【表3】

実施例 番号	油性成 分の平 均粒径 [μm]	ハイドロゲル粒子の物性					
		平均粒径 [mm]	圧縮破断応力 [kPa]	弾性率 [kPa]	球形度	皮膚上で の延び	カス残り
1	5	3.2	15	125	○	○	○
2	25	3.1	7	43	○	○	○
3	8	3.2	12	60	○	○	○
4	7	3.0	28	95	○	○	○
5	10	3.1	20	80	○	○	○
6	25	3.1	21	110	○	○	○
比較例 1	8	3.1	43	155	△	△	△
2	粒子化できず						
3	粒子化できず						

【0053】

## 【発明の効果】

本発明のハイドロゲル粒子は、化粧品、医薬品、医薬部外品等に適用される、油性成分を高濃度かつ安定して分散させた分散体からなるハイドロゲル粒子であって、球形度が高く、皮膚に適用したときに粒子がスムーズに破壊して延ばしやすく、カス残りがないハイドロゲル粒子を提供するものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

化粧品、医薬品、医薬部外品等に適用される、それらの油性成分を高比率で含有して安定に製造するのが容易なハイドロゲル粒子であって、球形度が高く、皮膚に適用したときに粒子がスムーズに破壊して延ばしやすく、カス残りが無い粒子を提供すること。

【解決手段】

連続相である非架橋型ハイドロゲル、及び分散相である油性成分を含有するハイドロゲル粒子。

【選択図】 なし

出願人履歴情報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
氏 名 花王株式会社